НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ
ТЕХНОЛОГИИ ХИМИЧЕСКОГО И НЕФТЯНОГО АППАРАТОСТРОЕНИЯ
(ВНИИПТхимнефтеаппаратуры)

УТВЕРЖДАЮ
Директор института
В.А.Панов

АТТЕСТАТ

НА МЕТОДИКУ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ СЕРЫ В ЧУГУНЕ НЕЛЕГИРОВАННОМ, УГЛЕРОДИСТОЙ, ЛЕГИРОВАННОЙ И ВЫСОКОЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ ПРИ КОНТРОЛЕ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

РДИ 929-02-93

Срок действия установлен с "I" декабря 1992
до "I" декабря 1997

Заведующий отделом №29
канд.техн.наук В.Л.Мирочник

Исполнители:
по разработке методики
выполнения измерений
науч.сотрудник Т.Н.Очкова
лаборант У разряда А.Н.Тушинская
по метрологической экспертизе
ведущий инженер-метролог Г.Н.Михайлова

Волгоград 1992

gost.e-ecolog.ru

Настоящий аттестат распространяется на нелегированные чугуны, углеродистые, легированные и высоколегированные стали и устанавливает объемный метод определения серы в диапазоне от 0,002 % до 0,25 %. Методика предназначена для контроля исходных материалов и контроля технологических процессов.

I. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Общие требования к методам анализа по ГОСТ Х28473-90 и ГОСТ 22536.0-87.

I.2. Отбор, подготовку и хранение проб проводят в соответствии с ГОСТ 7565-81.

I.3. Определение массовой доли серы в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной и высоколегированной стали проводят в двух параллельных навесках.

Случайная погрешность взвешивания ± 0,0002 г.

Массовая доля серы в стандартном образце и анализируемой пробе не должна отличаться более чем в два раза. Допускается получать большие количества анализируемого компонента путем употребления разных по величине навесок анализируемого материала и стандартного образца, если содержание анализируемого компонента в стандартном образце и в пробах отличается не более, чем в три раза.

Тип стандартного образца для контроля правильности устанавливает начальник химической лаборатории.

I.4. За окончательный результат анализа принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений при выполнении следующих требований к точности результатов:

- расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать величин, допускаемых для доверительной вероятности 0,95 расхождений, приведенных в таблице;
- воспроизведенная в стандартном образце массовая доля серы среднее арифметическое двух параллельных результатов анализа/ не должны отличаться от аттестованной более чем на половину величины допускаемых расхождений, приведенных в таблице.

Абсолютные допускаемые расхождения массовой доли серы при трех параллельных измерениях

Тип стали	Массовая доля серы, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
Стали легированные и высоколегированные	От 0,005 до 0,02	0,001
	Св 0,02 " 0,05	0,003
Сталь углеродистая и чугун нелегированный.	От 0,002 до 0,004	0,0015
	Св 0,004 " 0,010	0,0025
	" 0,010 " 0,025	0,004
	" 0,025 " 0,050	0,006
	" 0,050 " 0,10	0,008
	" 0,10 " 0,25	0,012

1.5. При невыполнении одного из требований, указанных в п.1.4, проводят повторные измерения массовой доли серы. Если при повторных измерениях требования к точности результатов не выполняются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причин, вызвавших нарушение нормального хода анализа.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерение массовой доли серы в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной и высоколегированной стали следует выполнять объемным методом, который основан на сжигании навески стали или чугуна в токе кислорода при температуре от 1200 до 1250 °С с поглощением образующейся двуокиси серы водой и титрования серной кислоты раствором йода или смесью йодоватокислого или йодисного калия в присутствии индикатора крахмала.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ

3.1. Весы аналитические с разновесами.

3.2. Установка для определения серы.

Схема установки для определения серы приведена на чертеже 1.

Установка для газообъемного определения содержания серы состоит из следующих элементов: баллона с кислородом 1 по ГОСТ 5583-73; редукционного вентеля для регулирования скорости поступления кислорода 2, трубчатой горизонтальной электропечи 7, обеспечивающей температуру нагрева не ниже 1250 °С; газонепроницаемой трубки 9 по ГОСТ 2680-73 из неглазурованного фарфора, внутренним диаметром 18 20 мм и длиной 750-900 мм. Концы трубок должны выступать наружу из печи не менее чем на 200-250 мм. Трубку закрывают с двух концов плотно пригнанными резиновыми пробками. В отверстия пробок вставляют стеклянные трубки, диаметром 5 мм; лодочек фарфоровых 6 (неглазурованных № 1 и № 2) по ГОСТ 9147-73, предварительно прокаленных в токе кислорода при рабочей температуре; термопары с терморегулятором или гальванометром 8; шарика, заполненного стеклянной или хлопчатобумажной ватой 10, для улавливания окислов железа и др., образующихся при сжигании навески; промывной склянки с серной кислотой 4, промывной склянки с 40 %-ным раствором едкого калия 3; поглотительного сосуда 11, внутренним диаметром от 35 до 40 мм и высотой 150 мм, наполненного до половины дистиллированной водой с крахмалом и несколькими каплями йода, чтобы раствор окрасился в бледно-голубой цвет. Внизу поглотительный сосуд оканчивается стеклянным краном 13, необходимым для слива оттитрованного раствора, бюретки 14, расположенной над поглотительным сосудом, сосуда с раствором для сравнения окраски.

3.3. Плавни: Олово по ТУ 6-09-2704-78, медь металлическая по ГОСТ 546-88, предварительно проверенные в условиях анализа на содержание серы.

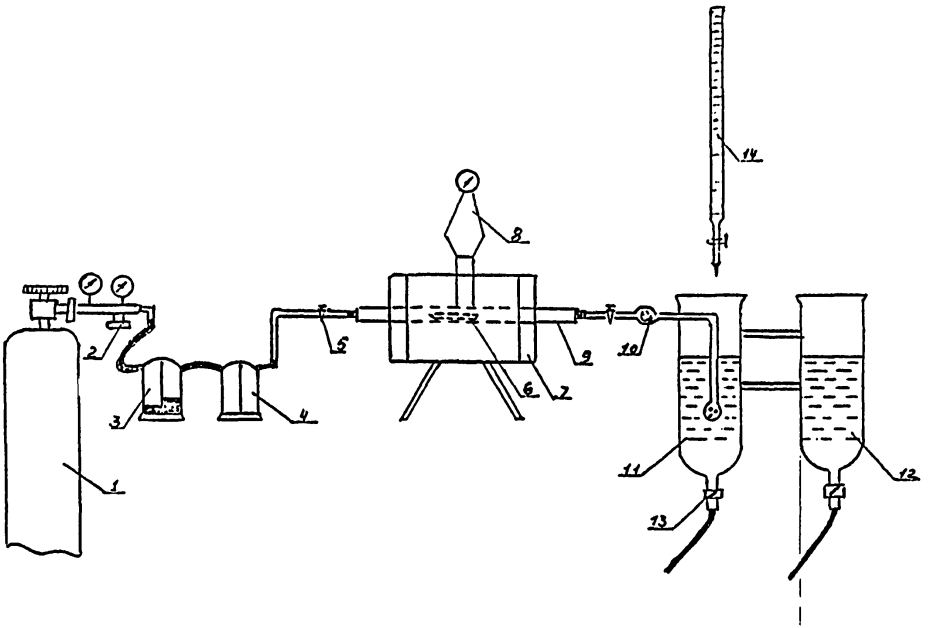
3.4. Крючок; с помощью которого лодочки с пробой помещают в фарфоровую трубку и извлекают из нее, изготовленный из жаропрочной низкоуглеродистой проволоки диаметром 3-5 мм и длиной 500-600 мм.

3.5. Калий гидроокись (едкое кали) по ОСТ 6-01-301-74, раствор массовой долей 40 %.

3.6. Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

3.7. Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76.

СХЕМА УСТАНОВКИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ



3.8. Калий йодистый по ГОСТ 4232-74.

3.9. Йод кристаллический по ГОСТ 4159-79.

3.10. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

3.11. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы по ГОСТ 1770-74.

При изменении данной научно-технической документации реактивы, посуда и приборы мерные лабораторные должны удовлетворять требованиям вновь введенной документации.

4. АЛГОРИТМ ОПЕРАЦИЙ ПО ПОДГОТОВКЕ РАСТВОРОВ К АНАЛИЗУ

4.1. Йод кристаллический, титрованный раствор: 1 г йода взвешивают в стаканчике с притертой пробкой, пересыпают в колбу с 5 г йодистого калия и 50 $см^3$ воды, после полного растворения йода раствор переводят в мерную колбу вместимостью 3000 $см^3$, доводят до метки водой, перемешивают. Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Титр раствора йода устанавливают по стандартным образцам с известной массовой долей серы и химическим составом, близким по химическому составу к анализируемой пробе. Сжигание навесок стандартных образцов проводят в тех же условиях, что и анализ.

Титр раствора (Т), выраженный в г/$см^3$, вычисляют по формуле:

$$T = \frac{C \cdot m}{(V - V_1) \cdot 100}$$

где C – массовая доля серы в стандартном образце, %;

m – масса навески стандартного образца, г;

V – объем раствора йода, израсходованный на титрование стандартного образца, $см^3$;

V_1 – объем раствора йода, израсходованный на титрование контрольной пробы, $см^3$.

4.2. Йодо-крахмальный свежеприготовленный раствор: 5 г растворимого крахмала размешивают в стаканчике с 50 $см^3$ воды и тонкой струйкой вливают в колбу вместимостью 250 $см^3$ с водой, нагретой до кипения. Охлажденный раствор переносят в колбу, разбавляют до 2000 $см^3$, перемешивают, добавляют титрованный раствор йода до появления голубой окраски. Данный раствор является и раствором сравнения.

4.3. Калий гидроокись (едкое кали), раствор с массовой долей 40 %: 40 г реактива растворяют в 60 $см^3$ воды и перемешивают.

5. АЛГОРИТМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

5.1. Подготовка аппаратуры

Перед началом работы установку проверяют на герметичность.

В трубке и лодочке для сжигания пробы определяют наличие летучих (восстановительных веществ). Для этого по достижении в печи температуры от 1200 до 1250 °С трубку закрывают с обеих сторон пробками, наливают в оба сосуда от 110 до 120 см³ иодо-крахмального раствора, открыв кран, пропускают ток кислорода с такой скоростью, чтобы уровень жидкости в поглотительном сосуде поднялся на 30–40 мм.

Обесцвечивание раствора в поглотительном сосуде при пропускании кислорода в течение нескольких минут свидетельствует о выделении из трубки восстановительных газообразных веществ, реагирующих с йодом. В любом случае, не прекращая кислорода, приливают к поглотительному раствору титрованный раствор йода до тех пор, пока интенсивность окраски растворов в обоих сосудах не станет одинаковой. Для проверки правильности работы установки сжигают от 2 до 3 навесок стандартного образца стали или чугуна в присутствии плавня, затем сжигают навеску плавня для внесения поправки в контрольный опыт.

5.2. Проведение анализа

Навеску стали (чугуна) массой от 0,5 до 1,0 г помещают в лодочку, равномерно распределяют по дну и покрывают равномерным слоем плавня в количестве от 0,5 до 1,0 г. Лодочку с пробой и плавнем при помощи крючка помещают в наиболее нагретую часть фарфоровой трубки и немедленно закрывают трубку резиновой пробкой, в которую вставлена стеклянная трубка для отвода газообразных продуктов сжигания в поглотительный сосуд.

Скорость пропускания кислорода составляет 2,5 л/мин.

В процессе горения навески наблюдают за изменением окраски жидкости в поглотительном сосуде, где происходит поглощение окислов серы. Во время сжигания окраска растворов в поглотительном сосуде должна быть все время близкой к окраске раствора сравнения. Для этого к раствору в поглотительном сосуде по мере уменьшения интенсивности окраски добавляют раствор йода до получения одинаковой интенсивности окраски в обоих сосудах. В этом случае титрование считают законченным. Для проверки полноты сгорания навески кислород продолжают подавать еще в течение минуты.

Если интенсивность окраски раствора не уменьшится, определение считают законченным, если уменьшится, титрование продолжают. После сжигания пробы лодочку вынимают крючком из печи, поглотительный раствор сливают из сосуда и промывают сосуд водой.

6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю серы /X/ в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_2 - V_1) T \cdot 100}{m},$$

где V_2 – объем раствора йода, израсходованный на титрование анализируемого образца, $см^3$;

V_1 – объем раствора йода, израсходованный на титрование контрольной пробы, $см^3$;

T – титр раствора йода, установленный по стандартным образцам и выраженный в $г/см^3$ серы;

m – масса навески анализируемого образца, г.

7. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ (ЛАБОРАНТОВ)

К выполнению измерений массовой доли серы и обработке результатов анализа могут быть допущены лаборанты 4-5 разрядов согласно единому тарифно-квалификационному справочнику.

8. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

8.1. При выполнении измерений массовой доли серы в нелегированном чугуне, углеродистой, легированной и высоколегированной стали должны выполняться требования, которые установлены инструкцией по технике безопасности при работе в химической лаборатории, утвержденной главным инженером предприятия.

8.2. При работе с кислородными баллонами необходимо соблюдать инструкцию по безопасному обращению с газовыми баллонами.

КОМИТЕТ
Российской Федерации
по машиностроению
125047, Москва,
1-я Тверская-Ямская ул., 1,3
Для телеграмм: А-47
Для телетайпа: ЛУЧ 207279

13.06.96. № 21/2-2-373

на №_____от_____

Руководителям организаций
(По списку)

О снятии ограничения срока действия отраслевых документов по стандартизации

Управление по развитию химического и нефтяного машиностроения утвердило перечни отраслевых стандартов и руководящих технических материалов, с которых снимается ограничение срока действия.

Данное решение продиктовано необходимостью сохранения действующим фонда документов по стандартизации отраслевого уровня, не утративших своей технической актуальности, а также приведения их в соответствие с требованиями ГОСТ1.4-93, который не устанавливает для таких документов ограничения срока действия.

В целях поддержания современного научно-технического уровня документов указанных в перечнях и информирования предприятий о снятии ограничения их срока действия ОБЯЗЫВАЮ:

1. Разработчиков указанных документов (держателей подлинников), по мере необходимости осуществлять их проверку с целью внесения в них изменений, переиздания или отмены в установленном порядке, учитывая при этом современный уровень развития техники, предложения пользователей этими документами и потребителей продукции.

2. Головной организации отрасли по стандартизации АО "НИИхиммаш" представить в вышестоящую организацию по стандартизации информацию о снятии ограничения срока действия с отраслевых стандартов, указанных в перечне;

3. Ведущим организациям по стандартизации в соответствии со своей специализацией информировать предприятия о снятии ограничения срока действия документов, указанных в перечнях.

Приложение. 1. Перечень отраслевых стандартов.
2. Перечень руководящих технических материалов.

Начальник Управления по развитию
химического и нефтяного машиностроения В.Н.Бондарев

Исп. Сарычев С.А.
тел. 209-86-64

Приложение

Перечень нормативно-технических документов, разработанных АООТ "ВНИИПТхимнефтеаппаратуры" и подлежащих снятию ограничения срока действия

ГОСТ I6098-80
ГОСТ I9664-74
ГОСТ 26I82-84
ОСТ 26-5-88
ОСТ 26-2079-80
ОСТ 26-II-03-84
ОСТ 26.260.454-93
ОСТ 26-II-09-85
ОСТ 26-II-I0-93
ОСТ 26-II-II-86
ОСТ 26-II-I4-88
ОСТ 26-I7-0I-83
ОСТ 26-I7-027-88
ОСТ 26-I7-02-83
РД 26-3-86
РД 26-4-87
РД 26-8-87
РТМ 26-9-87
РДИ 26-I5-80
РТМ 26-44-82
РТМ 26-I23-73
РТМ 26-I60-73
РТМ 26-I68-8I
РТМ 26-225-75
РТМ 26-298-78
РТМ 26-303-78
РТМ 26-I7-0I2-83
РТМ 26-362-80
РТМ 26-363-80
РТМ 26-364-80
РТМ 26-365-80
~~РТМ 26-365-80~~
РТМ 26-366-80
РТМ 26-378-8I
РТМ 26-38I-8I
РД 26-02-77-88
РДМУ 26-07-0I-78
РД 26-II-0I-85
РД 26-II-06-86
РД 26-II-I5-87
РТМ 26-I7-034-84
РД 26-I7-048-85
РД 26-I7-049-85
РД 26-I7-05I-85
РД 26-I7-77-87
РД 26-I7-78-87
РД 26-I7-086-88
МИ I400-86
ТУ 26-I7-034-87
ТУ 26-I7-03э 87
ТУ 26-I7-037-87
ТУ 26-I7-047-88
ТУ 26-246-83
ТУ 26-37-80
ГОСТ 26421-85
ОСТ 26-02-I0I5-85
РД РТМ 26-339-79
РТМ 26-02-63-87
ТУ I4-I-9I4-74
ТУ I4-I-2404-78
ТУ I4-I-2405-78
ТУ I4-I-3333-82
ТУ I4-I-4I50-86
ТУ I4-I-4I75-86
ТУ I4-I-4I8I-86
ТУ I4-I-42I2-87
ТУ I4-3-I074-82
ТУ 26-0303-I532-84
ТУ 929-45-93
РД 24.200.I3-90
РД 24.200.04-90
РД 24.200.II-90
РД 24.942.02-90
РДМ 929-0I-93
РДМ 929-02-93
РДМ 929-03-93
РДМ 929-04-93
РДМ 929-05-93
РДМ 929-06-93
РДМ 929-07-93
РДМ 929-08-93
РДМ 929-09-93
РДМ 929-I0-93
РДМ 929-II-93
РДМ 929-I2-93
РДМ 929-I3-93
РДМ 929-I4-93
РДМ 929-I5-93
РДМ 929-I6-93
РДМ 929-I7-93
РДМ 929-I8-93
РДМ 929-I9-93
РДМ 929-20-93
РДМ 929-2I-93
РДМ 929-22-93
РДМ 929-23-93

gost.e-ecolog.ru

V — снято ограничение срока действия письмом Управления по развитию химии и нефтехимии №21/22-373 от 13.06.96